

## BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

#3

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

EP 00/5183



REC'D 07 JUL 2000	
WIPO	PCT

4 10 / 009 487

**Bescheinigung**

Die Merck Patent GmbH in Darmstadt/Deutschland hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Sprühtrocknungsanlage und Verfahren zu ihrer Verwendung"

am 16. Juni 1999 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig das Symbol B 01 J 2/00 der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 16. März 2000

**Deutsches Patent- und Markenamt**

**Der Präsident**

Im Auftrag

Dzierzon

Aktenzeichen: 199 27 537.8

**Merck Patent Gesellschaft  
mit beschränkter Haftung  
64271 Darmstadt**

**Sprühtrocknungsanlage und Verfahren zu  
ihrer Verwendung**

## Sprühtrocknungsanlage und Verfahren zu ihrer Verwendung

Die Erfindung betrifft einen Fließbettapparat mit integrierter Sprühtrocknung sowie ein Verfahren zu dessen Verwendung. Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung sprügetrocknetem Pulvermaterial, dessen Produkteigenschaften je nach weiterer Verwendung gezielt variiert werden können.

Üblicherweise werden im Handel befindliche Granulate hergestellt, indem eine Lösung oder eine Suspension einer oder mehrerer Komponenten in einen mit Heißgas beschickten Sprühturm gesprüht werden. Im Heißgasstrom verdampfen die flüssigen Anteile und es bilden sich Feststoffpartikel, die mehr oder weniger statistisch geformt sind.

Bekannt ist auch die Granulierung in einem Wirbelbett, worin der Prozeßluftstrom einen speziell geformten Anströmboden durchströmt und dabei eine Wirbelschicht aus festem Startmaterial erzeugt. Die Sprühflüssigkeit gelangt durch ein Düsensystem feinverteilt in den Wirbelraum. Die wirbelnden Partikel werden benetzt, die Oberfläche angelöst und die Partikel haften zusammen. Am Ende des Wirbelbetts wird kontinuierlich Feststoff entnommen. Gleichzeitig wird am Eingang eine geringere Menge Feststoff zugeführt auf den Sprühflüssigkeit fein verteilt wird. Ein Filtersystem bewirkt das kein Staub das Wirbelbett verläßt und nur am Ausgang Granulatpartikel entnommen werden, die eine Mindestgröße aufweisen. Auch in einem solchen Wirbelbett bilden sich Feststoffpartikel, die mehr oder weniger statistisch geformt sind.

Es ist daher Aufgabe der Erfindung, eine geeignete Anlage und ein Verfahren zum Betrieb der Anlage zur Verfügung zu stellen, mit deren Hilfe Eigenschaften von sprügetrockneten bzw. granulierten, pulverförmigen Produkten nach Wunsch hinsichtlich Korngröße, Korngrößenverteilung, Feuchte und Tablettierfähigkeit variiert werden können.

Die Lösung der Aufgabe erfolgt durch eine Sprühtrocknungsanlage, welche  
a) eine Sprühtrocknungseinheit (B)

- b) ein Fließbett (A)  
c) eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C)  
e) einem Pulverdosiervorgat (D) und  
5 f) einer Pulverrückföhrung (9) mit Ventilator (E) aufweist.

10 In der Spröhtrocknungseinheit der erfindungsgemäßen Spröhtrocknungsanlage werden (B) flüssiges Medium (5), Spröhluft (6), pulverförmiges Material (9) und Heißluft (4) zusammengeföhrt.

15 Eine besondere Ausführungsform besteht darin, daß sich eine Spröhtrocknungseinheit (B) senkrecht über einem anschließenden Wirbelbett in einem Spröhturm befindet.

20 In einer speziellen Ausführungsform kann die Spröhtrocknungseinheit (B) der Anlage ein Spröhsystem enthalten, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Spröhdüse mit koaxial angeordneter Pulverrückföhrung und Heißgasumströmung besteht.

25 Die Lösung der Aufgabe erfolgt insbesondere durch eine Anlage, in der eine oder mehrere zusätzliche Spröht- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C) örtlich variabel im Fließbett angebracht werden können. An das Fließbett schließt sich gemäß der vorliegenden Erfindung eine durch eine Schleusenklappe (F) abgetrennte Pulverdosiervanlage (D) an, welche durch einen Überlauf (8) gespeist wird.

30 Eine Teilmenge des gebildeten Produkts kann erfindungsgemäß über eine Flugföhrung, in der ein Ventilator (E) als Föhrerorgan dient, gegebenenfalls nach Zerkleinerung in die Spröhtrocknungseinheit (B) zurückgeföhrt werden. Der als Föhrerorgan wirkende Ventilator (E) kann gleichzeitig als Zerkleinerungseinheit des zurückgeföhrten Pulvers dienen.

35 Die Lösung der Aufgabe erfolgt auch durch ein Verfahren zur Herstellung von spröhtgetrocknetem Pulvermaterial, in dem  
a) in einem ersten Schritt ein flüssiges Medium, Spröhgaz, pulver-

- 5
- b) das entstehende pulverförmige Produkt in ein Fließbett fällt, aufgenommen, fluidisiert und weitertransportiert wird,
  - c) in einem oder mehreren Granulierungsschritt(en) mit weiterem flüssigen Medium besprüht, getrocknet und im Fließbett in Richtung der Pulverdosiervorrichtung gefördert wird, von welcher aus
  - d) eine Teilmenge als pulverförmiges Material in den Prozeß zurückgeführt wird.

10 Bei dem flüssigen Medium handelt es sich um eine Lösung, eine Dispersion oder eine Suspension.

15 Eine besondere Variante des Verfahrens besteht darin, daß das zurückgeführte pulverförmige Material vor der Rückführung zerkleinert wird.

20 Als Sprühgas, als Träger- und Heizgas Luft oder ein Inertgas kann ein Gas ausgewählt aus der Gruppe  $N_2$  und  $CO_2$  verwendet werden. Das Gas kann erfindungsgemäß im Kreislauf geführt werden, wobei es durch Filter oder mit Hilfe von Dynamikfiltern von Partikeln befreit wird und erneut den Sprühdüsen zugeführt bzw. aufgeheizt und in das Fließbett eingeführt wird.

25 Erfindungsgemäß können an verschiedenen Stellen der Anlage verwendete flüssige Medien unterschiedliche Zusammensetzungen aufweisen.

30 Die Lösung der vorliegenden Aufgabe erfolgt insbesondere auch dadurch, daß sich durch Variation der Parameter, Sprühdruk, Flüssigkeitsmenge, zurückgeführte Pulvermenge, Heißluftstrom und Temperatur der Heißluft gezielt Partikelgrößen zwischen 50 bis 1000  $\mu m$  einstellen lassen.

35 Zur Durchführung des Verfahrens wird zu Beginn die Anlage mit pulverförmigem Startmaterial über den Einfüllstutzen (3) beschickt. Über die Kammern (1) wird im Sprühtrocknungsraum ein Luftstrom erzeugt.

Das eingeführte Startermaterial wird durch diesen Luftstrom fluidisiert und bewegt sich in die Richtung der Austragsklappe (F). Der Pulverstrom erhält diese Bewegungsrichtung bei Erzeugung des Luftstroms durch eine entsprechende Perforation des Conidurbodens. Das fluidisierte Produkt läßt sich durch einfaches Öffnen der Schleusenklappen (F) austragen. An dieser Stelle der Anlage sind Vorrichtungen geschaffen, die es ermöglichen entweder das Produkt in eine Pulverdosiervorrichtung zu führen oder über eine Flugförderung zur Sprühtrocknungseinheit zu führen. Am Austrag über die Pulverdosiervorrichtung befindet sich ein Überlauf (8) für das Fertigprodukt. Der Ventilator (E) der Sprühtrocknungseinheit dient sowohl als Fördermittel für das Produkt als auch als Zerkleinerungseinheit für zurückzuführendes Pulvermaterial. Zurückgeführtes Pulvermaterial der Rückführungsleitung (9) wird durch die besondere Ausgestaltung der Sprühtrocknungsdüse mit den entsprechenden Medien Flüssigkeit (5) Sprühluft (6) und Heißluft (4) zusammengeführt. Das entstehende Pulver bzw. Granulat wird vom Fließbett aufgenommen und wird wie bereits oben beschrieben, weitertransportiert. Beim Passieren der Granulationsdüsen (C) wird weiteres Medium, welches eine andere Zusammensetzung haben kann als das in die Sprühdüse mit Pulverrückführung eingebrachte, auf die gebildeten Partikel gesprüht. Es erfolgt eine weiteres Granulieren und eine erneute Einstellung der Korngrößenverteilung. Aus den Kammern (1) über die Conidurböden eingeschleuste Luft wird das Produkt auf die gewünschte Endfeuchte getrocknet. In die Anlage integrierte Dynamikfilter(G) wird ein Austrag von Pulverpartikeln in die Umgebung verhindert.

Statt der drei Granulationsdüsen (C), wie in Abbildung 1 dargestellt, können an der entsprechenden Stelle der Anlage ein oder mehrere Sprühdüsen oder Sprühtrocknungsdüsen oder auch nur eine, zwei oder mehr als drei Granulationsdüsen angebracht sein. Diese zusätzlichen Düsen können sich direkt am Anfang des Fließbetts oder weiter nach hinten verschoben befinden. Die Wahl des Ortes, an dem das ursprünglich gebildete Pulvermaterial erneut ein- oder mehrmal(s) besprüht wird, ist u. a. auch davon abhängig, welche Restfeuchte das gewünschte Produkt haben soll. Es versteht sich von selbst, daß ein Produkt mit besonders niedriger Restfeuchte nach dem letzten Besprühen

eine längere Verweilzeit im Wirbelbett erforderlich macht als eines mit höherer.

5 Je nach Wunsch können durch die verschiedenen Düsen unterschiedliche Zusammensetzungen auf die bereits gebildeten Partikeloberflächen aufgebracht werden, so daß Partikel mit einem schichtförmigen Aufbau erhalten werden können. Es kann aber auch dazu dienen, eine gleichmäßigeren Korngrößenverteilung zu erzielen.

10 Weiterhin kann die erfindungsgemäße Anlage nicht nur mit Luft als Trägermedium betrieben werden. Es ist auch möglich die gesamte Anlage im Kreislauf mit einem Inertgas, wie z. B. Stickstoff, oder mit Kohlendioxidgas zu fahren.

15 Die Anlage ist so ausgestaltet, daß die Parameter Flüssigkeitsmenge, Sprühdruck, rückgeführte Pulvermenge, Heißgasmenge, Heißgastemperatur, Warmluftmenge, Warmlufttemperatur individuell regelbar sind. Daher lassen sich durch die zurückgeführte Pulvermenge, die eingespeiste Flüssigkeitsmenge und den Sprühdruck je nach Wunsch die Eigenschaften des Endprodukts einstellen hinsichtlich der Feuchte, der  
20 Korngröße und der Korngrößenverteilung. Je nach Wunsch können in der beschriebenen Anlage pulverförmige Produkte hergestellt werden mit Partikelgrößen zwischen 50 und 1000 µm. Je nach Fahrweise können die Partikel aus einer einzigen chemischen Substanz bestehen oder einen schichtförmigen Aufbau von verschiedenen Substanzen zeigen oder je nach gewählten Verfahrensparametern einen mehr oder weniger kristallinen oder vorwiegend amorphen Aufbau aufweisen, wobei im letzteren Fall die Partikel sowohl aus einer als auch aus einem  
25 Gemisch von verschiedenen Komponenten bestehen können.

30 Besonders gesteuert werden können die Bildung der Partikel durch eine in die Anlage integrierte Sprühdüse, welche geeignet ist, um sprühtrocknete Granulate herzustellen. Eine entsprechende Ausführungsform einer solchen Sprühdüse ist in Fig. 2 dargestellt.

35

- 6 -

Bei dieser Sprühdüse handelt es sich an sich um ein Sprühsystem, das aus einer mit Heisswasser beheizbaren Zweistoff-Sprühdüse [(1), (2), (3)] besteht welche wiederum mit einer koaxial angeordneten Pulverrückführung (4) und einer Heissgasumströmung (5) ausgestattet ist.

5

Vorteil dieses Sprühsystems ist, daß das Pulver unmittelbar am Austritt mit den über die Zerstäubungsluft erzeugten Flüssigkeitströpfchen in Kontakt kommt und granuliert oder agglomeriert wird. Damit die Granulate nicht verkleben und die Oberflächenfeuchte abgeführt werden kann, ist das Sprüh und Pulverteil in einen Heissgasstrom eingeschlossen, wo die notwendige Energie zur Verdampfung der Flüssigkeit direkt umgesetzt wird. Die Nachtrocknung findet im Fliessbett statt.

10

Insbesondere auch durch Einbau dieses Sprühtrocknungssystems ist es möglich, gezielte Partikelgrößen zu erzielen.

15

Ein besonderer Vorteil dieser Sprühtrocknungsanlage besteht daher darin, daß in einer einzigen Anlage in Abhängigkeit von den eingestellten Verfahrensparametern und von den verwendeten zu versprühenden flüssigen Medien sehr unterschiedliche Produkte herstellen lassen.

20

Zum besseren Verständnis und zur Verdeutlichung werden im folgenden ein allgemeines Fließschema (Fig. 1) der beschriebenen Sprühtrocknungsanlage und Beispiele gegeben, die im Rahmen des Schutzbereichs der vorliegenden Erfindung liegen, nicht jedoch geeignet sind, die Erfindung auf diese Beispiele zu beschränken.

25

Fig. 1 zeigt ein verallgemeinertes Fließschema einer möglichen Ausführungsform einer solchen Sprühtrocknungsanlage, in der die gegebenen Ziffern und Buchstaben die folgenden Bedeutungen haben:

30

- 1      Lufteinführungskammern
- 2      Abluftkammern
- 3      Einfüllstutzen

35



- 7 -

- 4 Heißluftzufuhr
- 5 Flüssigkeitszufuhr
- 6 Sprühluft
- 7 Heizmedium
- 5 8 Produkt
- 9 Pulver
- A Fließbettapparat
- B Sprühtrocknungseinheit
- C Granulationsdüsen
- 10 D Pulverdosiergerät
- E Ventilator zur Pulverrückführung
- F Schleusenklappen
- G Dynamikfilter

15 Anhand der in der Beschreibung genannten und der in dem Fließschema gegebenen Komponenten ist es dem Fachmann ohne weiteres möglich, durch Auswahl im Handel erhältlicher Einzelkomponenten eine entsprechende Anlage zu erstellen. Es versteht sich für den auf dem Fachgebiet tätigen Fachmann von selbst, daß zum Betrieb der Anlage

20 sowohl zusätzliche elektrische als auch mechanische Regelungseinheiten eingebaut werden müssen, um die Verfahrensparameter, wie beschrieben, regeln und variieren zu können.

25

30

35

## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zur Herstellung von sprühgetrocknetem Pulvermaterial, dadurch gekennzeichnet, daß
  - a) in einem ersten Schritt ein flüssiges Medium, Sprühgas, pulverförmiges Material und Heißluft zusammengeführt werden,
  - b) das entstehende pulverförmige Produkt in ein Fließbett fällt, aufgenommen, fluidisiert und weitertransportiert wird,
  - c) in einem oder mehreren Granulierungsschritt(en) mit weiterem flüssigen Medium besprüht, getrocknet und im Fließbett in Richtung der Pulverdosiervorrichtung gefördert wird, von welcher aus
  - d) eine Teilmenge als pulverförmiges Material in den Prozess zurückgeführt wird.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem flüssigen Medium um eine Lösung, eine Dispersion oder eine Suspension handelt.
3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das zurückgeführte pulverförmige Material vor der Rückführung zerkleinert wird.
4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sowohl als Sprühgas als auch als Träger- und Heizgas Luft oder ein Inertgas ausgewählt aus der Gruppe  $N_2$ ,  $CO_2$  oder ..... verwendet wird.
5. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 und 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas im Kreislauf geführt wird.
6. Verfahren gemäß der Ansprüche 1, 4 und 5, dadurch gekennzeichnet, daß das im Kreislauf geführte Gas durch Filter von Partikeln befreit wird und erneut den Sprühdüsen zugeführt bzw. aufgeheizt und in das Fließbett eingeführt werden.

35

7. Verfahren gemäß der Ansprüche 1, und 4 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das Gas mit Hilfe von Dynamikfiltern von Partikeln befreit wird.
- 5 8. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die verwendeten flüssigen Medien an verschiedenen Stellen der Anlage unterschiedliche Zusammensetzungen aufweisen.
- 10 9. Verfahren gemäß der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß sich durch Variation der Parameter, Sprühdruck, Flüssigkeitsmenge, zurückgeführte Pulvermenge, Heißluftstrom und Temperatur der Heißluft gezielt Partikelgrößen zwischen 50 bis 1000 µm einstellen lassen.
- 15 10. Sprühtrocknungsanlage, gekennzeichnet durch  
a) eine Sprühtrocknungseinheit (B)  
b) ein Fließbett (A)  
c) eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C)  
20 e) einem Pulverdosiervorgang (D) und  
f) einer Pulverrückführung (9) mit Ventilator (E).
- 25 11. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß in der Sprühtrocknungseinheit (B) flüssiges Medium (5), Sprühluft (6), pulverförmiges Material (9) und Heißluft (4) zusammengeführt werden.
- 30 12. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß sich eine Sprühtrocknungseinheit (B) senkrecht über einem sich anschließenden Wirbelbett in einem Sprühturm befindet.
- 35 13. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Sprühtrocknungseinheit (B) ein Sprühsystem enthält, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Sprühdüse mit koaxial angeordneter Pulverrückführung und Heißgasumströmung besteht.

14. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere zusätzliche Sprüh- oder Zerstäubungsdüsen für flüssige Medien (C) örtlich variabel im Fließbett angebracht werden können.

5

15. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß sich an das Fließbett eine durch eine Schleusenklappe (F) abgetrennte Pulverdosieranlage (D) anschließt, welche durch einen Überlauf (8) gespeist wird.

10

16. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß eine Teilmenge des gebildeten Produkts über eine Flugförderung, in der ein Ventilator (E) als Förderorgan dient, gegebenenfalls nach Zerkleinerung in die Sprühtrocknungseinheit (B) zurückgeführt wird.

15

17. Sprühtrocknungsanlage gemäß Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß der Ventilator (E) gleichzeitig als Zerkleinerungseinheit des zurückgeführten Pulvers dient.

20

18. Sprühsystem, das aus einer mit Heißwasser beheizten Zweistoff-Sprühdüse mit coaxial angeordneter Pulverrückführung und Heißgasumströmung besteht

25

30

35

## ZUSAMMENFASSUNG

Die Erfindung betrifft einen Fließbettapparat mit integrierter Sprüh-  
trocknung sowie ein Verfahren zu dessen Verwendung. Gegenstand der  
5 Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung sprügetrocknetem Pul-  
vermaterial, dessen Produkteigenschaften je nach weiterer Verwendung  
gezielt variiert werden können.

10

15

20

25

30

35

Fig. 1

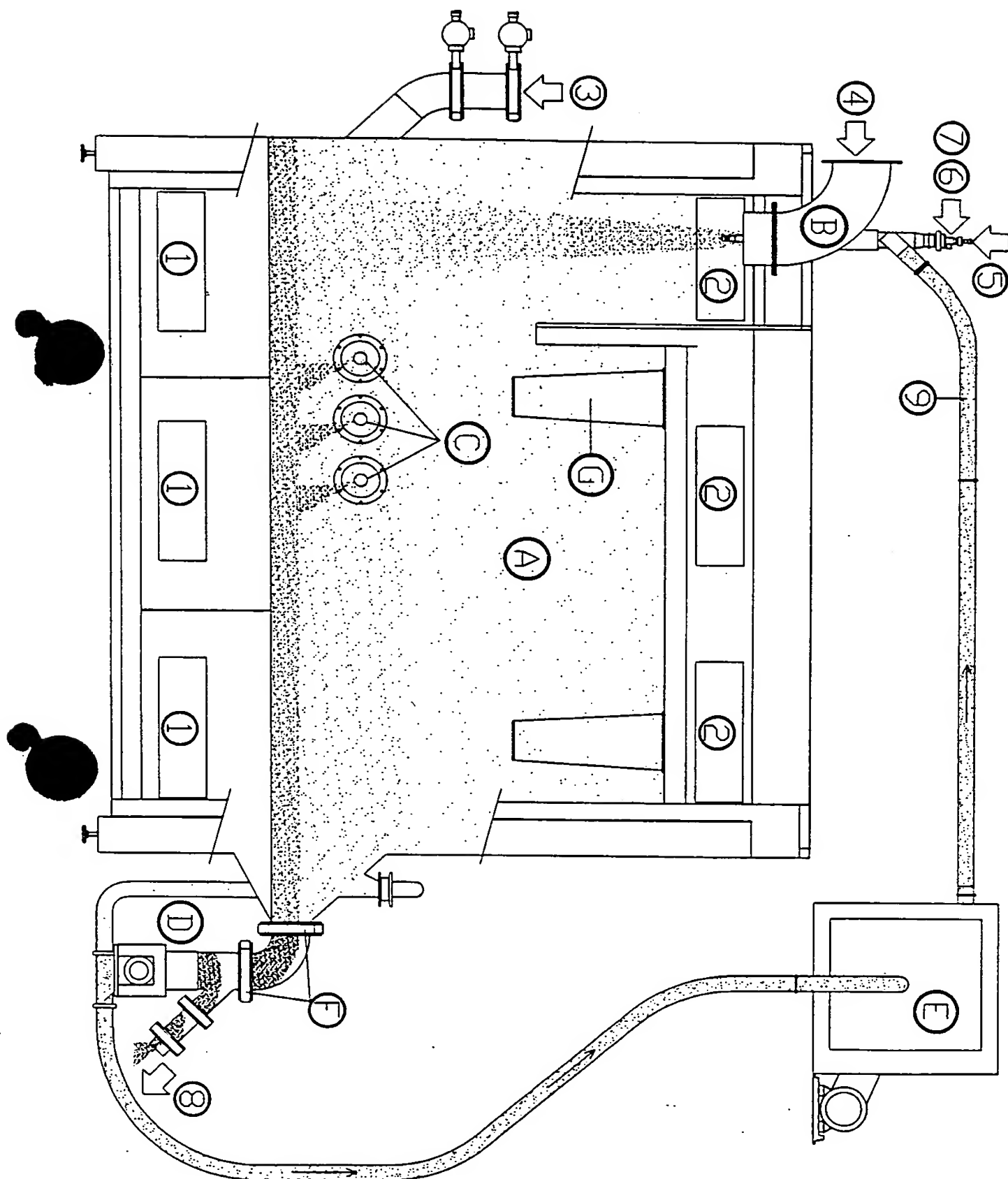
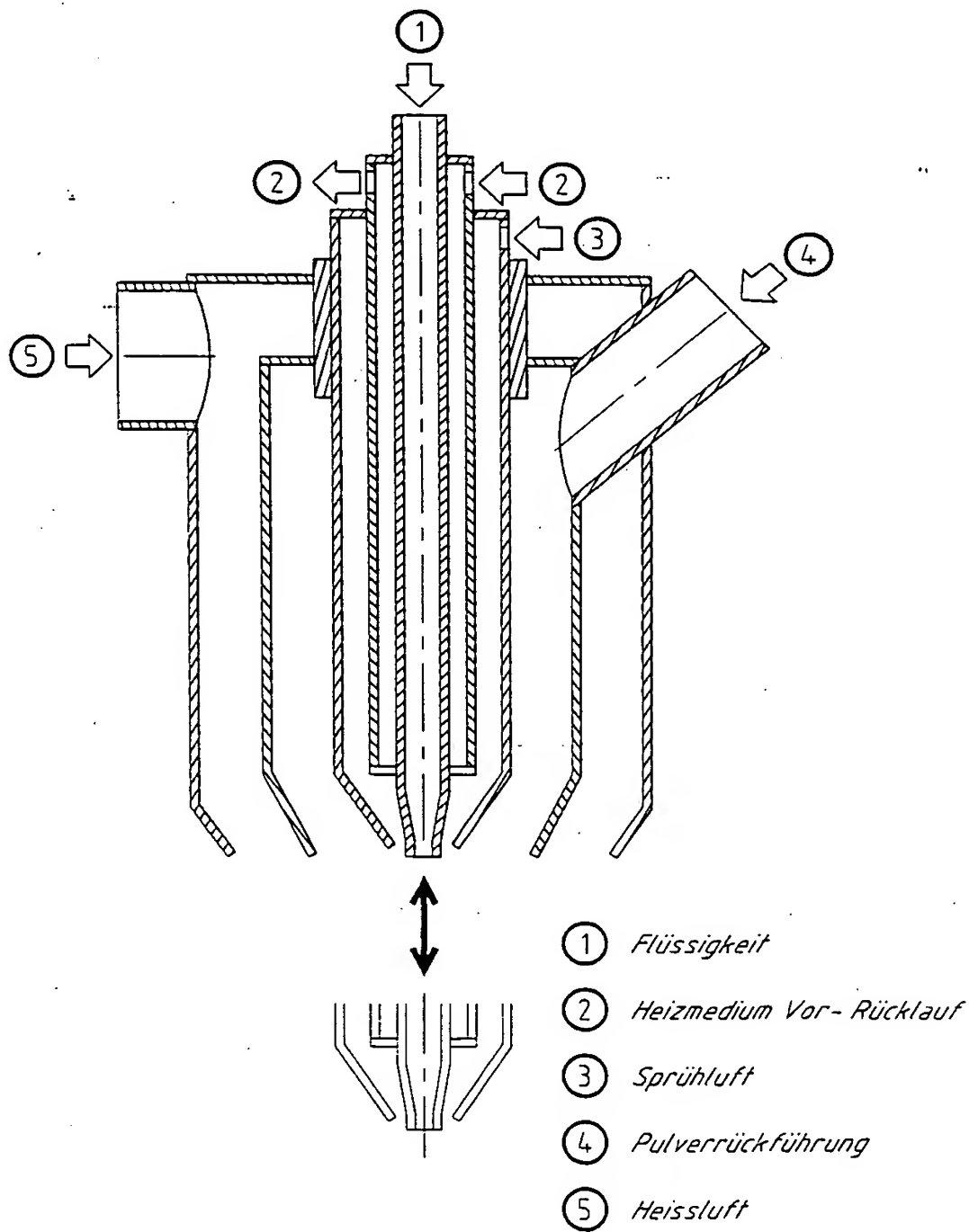


Fig. 2



**THIS PAGE BLANK (USPTO)**